

# МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ МЕТОДОМ PIXE НА УСТАНОВКЕ «МИКРОЗОНД» PIXE MICROBEAM ANALYSIS OF METALS ON «MICROBEAM» FACILITY

*И. А. Карпов, К. С. Величко, О. П. Вихлянцева, А. Д. Тумкин, А. В. Куракин*  
*I. A. Karpov, K. S. Velichko, O. P. Vixlantsev, A. V. Kurykin*

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ»,  
пр. Мира, 37, Саров, Нижегородская область, 607188, Россия  
Federal Nuclear Center of Russia – All-Russia Research Institute of Experimental Physics

Приведены результаты измерений, методом PIXE, образцов металлов (сварной шов Ni-сталь ЭП912, железо после воздействия кумулятивной струи) с помощью протонного микропучка установки «Микрозонд».

The results of measurements performed with the aid of proton micro-beam of “Microbeam” facility using PIXE method are presented for metal samples (weld Ni – EhGP912 steel, iron after the effect of cumulative jet).

На базе электростатического перезарядного ускорителя ЭП-10 (РФЯЦ-ВНИИЭФ) [1,2,3] создан ядерный сканирующий микрозонд – установка, предназначенная для формирования сканирующего пучка ионов микронных размеров. Микропучок может использоваться для решения различных задач в материаловедении (анализ структур, элементного и изотопного состава, распределение элементов по поверхности и глубине образца, наличие дефектов структуры). В настоящее время на установке реализовано два метода для определения элементного состава и пространственного распределения элементов в образцах, основанных на регистрации продуктов взаимодействия сканирующего ионного пучка с веществом образца. Метод PIXE (Particle Induced X-ray Emission), основанный на регистрации характеристического рентгеновского излучения и метод RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry), основанный на спектрометрии ионов, образующихся в результате обратного резерфордского рассеяния.

Метод индуцированного протонами рентгеновского излучения (PIXE) [4] основан на регистрации характеристического рентгеновского излучения (ХРИ). В нашем случае излучение вызывается бомбардировкой образца протонами с энергией 3 МэВ, источником которых является ускоритель ЭП-10. Главное преимущество метода PIXE, по сравнению с другими методами возбуждения ХРИ – низкий фон, позволяющий достичь высокой чувствительности в идентификации элементов, присутствующих в образце.

На рис. 1 представлен вид канала установки «Микрозонд». Принцип действия установки «Микрозонд» основан на предварительной коллимации ионного пучка с последующим его сжатием магнитными квадрупольными линзами до размеров нескольких микрон. Источником ионов для установки «Микрозонд» служит электростатический ускоритель ЭП-10.



Рис. 1. Общий вид канала установки «Микрозонд»

Система управления и регистрации данных (DAQ) установки «Микрозонд» работает под управлением рабочего программного обеспечения (РПО). РПО разработано в ИЯРФ РФЯЦ-ВНИИЭФ с использованием инструментального пакета CRW-DAQ [5]. Элементно-структурный анализ образца проводится по измеренному энергетическому спектру рентгеновского излучения. Возбуждаемое протонным микропучком ХРИ детектируется германиевым планарным детектором GLP-32340/13P фирмы ORTEC в каждой точке сканирования и с помощью РПО строится карта относительного распределения конкретного элемента в образце.

Для оценки возможностей использования установки «Микрозонд» в материаловедении металлов и их сплавов были проведены исследования двух образцов – сварного шва никеля со сталью ЭП912 (рис. 2) и образца стали-3 после воздействия кумулятивной медной струи (рис. 3).

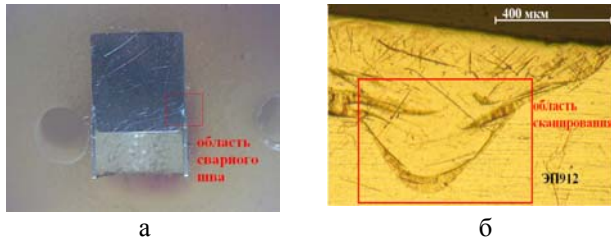
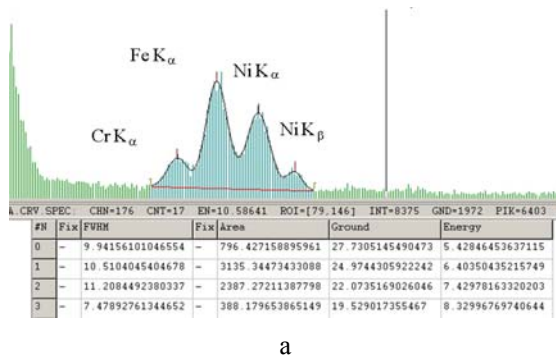


Рис. 2. Сварной шов Ni-сталь ЭП912: а – общий вид образца; б – область сканирования

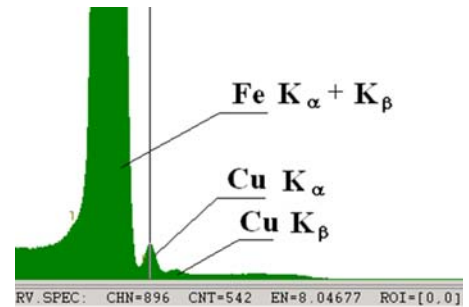


Рис. 3. Образец стали-3 после воздействия кумулятивной медной струи: а – со стороны воздействия; б – обратная сторона; в – образец для проведения анализа

Время сканирования образцов составило 4000 секунд, для образца сварного шва и 3000 секунд, для образца стали-3. Область сканирования 300×300 мкм, при размере пучка не более 10 мкм и токе протонов с энергией 3 МэВ на образце не более 0,2 нА. Алгоритм построения карт распределения элементов основан на привязке положения микропучка к энергии регистрируемых от образца квантов рентгеновского излучения в каждой точке сканируемой поверхности. На рис. 4 представлены интегральные спектры ХРИ, а на рис. 5–6 полученные по ним карты распределения элементов в исследуемых образцах. Карты распределения носят относительный характер. Цветовая интерпретация интенсивности



а



б

Рис. 4. Интегральные спектры ХРИ от исследуемых образцов: а – спектр ХРИ от стали ЭП912; б – спектр ХРИ от стали-3

линии ХРИ и соответственно концентрации элемента в точках сканирования меняется от фиолетовой и синей – отсутствие и единичные события до жёлтой и красной – большая и максимальная счётность.

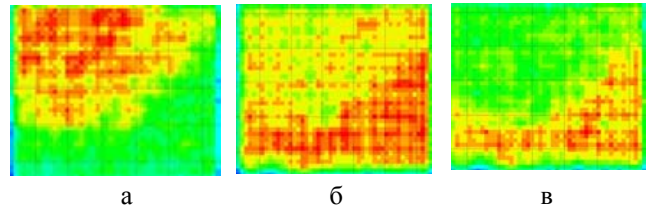


Рис. 5. Карты распределения элементов в образце сварного соединения никеля и стали ЭП912: а – карта области сканирования по линии ( $K_{\alpha}$ ) ХРИ никеля; б – карта области сканирования по линии ( $K_{\alpha}$ ) ХРИ железа; в – карта области сканирования по линии ( $K_{\alpha}$ ) ХРИ хрома

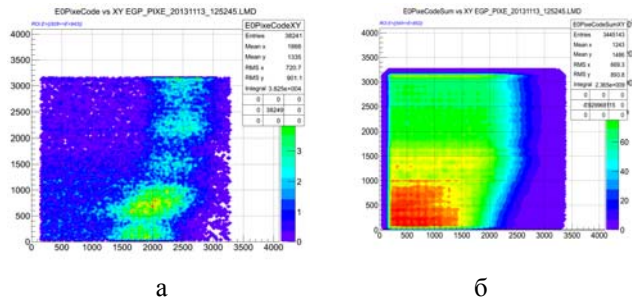


Рис. 6. Карты распределения меди и железа в месте контакта стали-3 и меди: а – карта области сканирования по линии ( $K_{\alpha}$ ) ХРИ меди; б – карта области сканирования по линии ( $K_{\alpha}$ ) ХРИ железа

Разность интенсивности, в областях от 0 до 1500 по вертикали и горизонтали, на картах (рис. 6) связана с тем, что сканирование образца было остановлено в момент «проход» микропучка, а не в начале и конце цикла сканирования (сканирование ведётся справа налево и снизу вверх).

Согласно карте распределения (рис. 5) железа область основного материала (сталь ЭП912) имеет относительно однородный состав. В области шва наблюдается резкое изменение состава. Никель,

как наплавляемый материал, имеет повышенную концентрацию в верхней части области сканирования. В области, прилегающей к линии сплавления, наблюдается понижение концентрации и её стабилизация в области основного материала. По карте распределения хрома видно, что в области шва его концентрация также снижается при этом его распределение как по шву, так и в основном материале практически однородно. В области сплавления никеля и стали происходит перераспределение элементов и формирование новой структуры отличной от структуры основного материала ЭП912.

В случае сканирования месте контакта стали-3 и кумулятивной медной струи, можно сказать, что медь, при воздействии, проникла на глубину от 50 до 100 мкм и изменение её концентрации носит неравномерный характер.

Проведённые измерения показали принципиальную возможность использования установки «Микрозонд» и метода PIXE в материаловедческих исследованиях микроструктурного элементного состава металлов, их сплавов сварных соединений и т.д.

### Список литературы

1. С. Н. Абрамович, Н. В. Завьялов, А. Г. Звенигородский, Е. В. Зимин, Д. С. Капустин,

Н. И. Москвин. Ядерный сканирующий микрозонд на базе перезарядного ускорителя ЭГП-10, РФЯЦ-ВНИИЭФ. // Сборник докладов II конференции «Молодежь в науке», Саров, 2003, с. 342.

2. С. Н. Абрамович, Н. В. Завьялов, А. Г. Звенигородский, Е. В. Зимин, И. Г. Игнатьев, К. И. Мельник, А. Г. Пономарёв. Оптимизация зондоформирующей системы ядерного сканирующего микрозонда на базе ЭГП-10. // ЖТФ, 2005, т. 75, выпуск 2, с. 6.

3. С. Н. Абрамович, Н. А. Сайко, А. Г. Пономарёв, С. Н. Мордик, В. М. Ерёменко, И. Н. Лифар, А. И. Михайличенко, Ю. И. Виноградов, А. Г. Звенигородский, Е. В. Зимин. Блочная система сканирования пучком протонов в ядерномикрозонде. // ЖТФ, 2007, т. 77, выпуск 3, с. 72–75.

4. Nuclear Instruments & Methods in Physics Research B75 (1–4) 1-604 (1993). Proceedings of the Sixth International Conference on PIXE and its Analytical Applications. Editor-in-Chief: Kai Siegbahn. Tokyo, Japan, July 20–24, 1992.

5. А. В. Курякин, Ю. И. Виноградов. Программа для автоматизации физических измерений и экспериментальных установок (CRW-DAQ) // Свидетельство РФ об официальной регистрации программы для ЭВМ № 2006612848 от 10.08.2006 г.